

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57-207163

⑪ Int. Cl.<sup>3</sup>

C 22 F 1/10

C 21 D 8/00

C 22 F 1/18

識別記号

庁内整理番号

8019-4K

6793-4K

8019-4K

⑬ 公開 昭和57年(1982)12月18日

発明の数 2

審査請求 未請求

(全 14 頁)

⑭ 合金部品の機械的性質の改良法

413

⑮ 特 願 昭56-92396

⑯ 出 願 昭56(1981)6月17日

⑰ 発 明 者 ドナルド・ジェイ・ケントン  
アメリカ合衆国オクラホマ7303  
4エドモンド・リツジクレスト1

⑱ 出 願 人 クロマロイ・アメリカン・コー  
ポレイション

アメリカ合衆国オクラホマ7314

0ミッドウエスト・シテイ・ナ

ショナル・ブルヴァード1720

⑲ 代 理 人 弁理士 芦田坦 外 2 名

明 細 書

1. 発明の名称

合金部品の機械的性質の改良法

2. 特許請求の範囲

(1) 高温で処理する間に生じた構造欠陥例えば鑄造微小空洞及び(又は)結晶粒界間隙又は微小なきずの存在が顕著であり少くとも約1000℃の融点を有する時効硬化性合金部品の機械的性質を改良するための方法において、オートクレープ中で大気圧以上の圧力及び該合金の絶対融点の50%以上における該時効硬化性合金の高溶体化温度の下に少くとも加熱及び高密度化することによって該構造欠陥を実質的に除去するに充分な時間該時効硬化性合金を熱時均等加圧 Hot Isostatic Pressure (HIP) 処理法に付し、該部品を大気圧以上の均等圧力下に保ちながら該合金の時効硬化温度範囲以下迄毎分20℃以上の速度で冷却することによってその場で該合金部品を熱処理し、次に該 HIP 処理法を完結させて該合金を時効硬化させることからなり、それによって該オートクレープ

外で該合金部品を急速に冷却し且つ従来の HIP 処理法によってそれを時効硬化させる熱処理を施された同じ部品と比較して該部品の機械的性質を改良することを特徴とする合金部品の機械的性質の改良法。

(2) 時効硬化性合金が鉄基、ニッケル基、コバルト基及びチタン基の合金からなる群から選ばれ、熱時均等加圧が約350~3500 Kg/cm<sup>2</sup>の範囲内にあり且つ熱時均等加圧の温度が合金の絶対融点の約60~95%の範囲内にある特許請求の範囲第1項に記載の方法。

(3) オートクレープ中の急速冷却の速度が少くとも毎分約25℃である特許請求の範囲第2項に記載の方法。

(4) 合金部品が超耐熱合金 (superalloy) 部品である特許請求の範囲第3項に記載の方法。

(5) 該超耐熱合金がニッケル基の合金であり且つ熱時均等加圧の温度が合金の絶対融点の約70~95%の範囲内にある特許請求の範囲第4項に記載の方法。

(1)

(2)

(6) 熱時均等加圧の温度が合金の絶対融点の約80～95%の範囲内である特許請求の範囲第5項に記載の方法。

(7) 高温度を使用する間に生じた構造欠陥例えば鑄造微小空洞及び(又は)結晶粒界間隙又は微小なきずの存在が顕著であり1000℃以上の融点を有し鉄基、ニッケル基、コバルト基及びチタン基の合金からなる群から選ばれた時効硬化性合金部品の機械的性質を改良するための方法において、オートクレープ中で大気圧以上の圧力及び該合金の絶対融点の50%以上から約95%迄を範囲とする該時効硬化性合金の高溶体化温度の下に加熱及び高密度化することによって該構造欠陥を実質的に除去するに充分な時間該時効硬化性合金をHIP処理法に付し、該部品を大気圧以上の均等圧力下に保ちながら該合金の時効硬化温度範囲以下迄少くとも毎分約25℃の速度で冷却することによってその場で該合金部品を熱処理し、次に該HIP処理法を完結させて該合金を時効硬化させることからなり、それによって該オートクレープ外

(3)

グステンからなる群からの金属、約10%迄のニオブ及びタンタルからなる群からの金属、約1%迄の炭素、約10%迄のチタン及びアルミニウムからなる群からの金属(チタン及びアルミニウムの総量は約12%を超えない)、約20%迄の鉄、約2%迄のマンガン、約2%迄のケイ素、約0.2%迄のホウ素、約1%迄のジルコン、約2%迄のハフニウム及び本質的に残部として少くとも45重量%のニッケル及びコバルトからなる群から選ばれた少くとも一つの金属を含有する組成物の少くとも一つの部品を提供し、オートクレープ中で大気圧以上の圧力及び該合金の絶対融点の50%以上における該時効硬化性合金の高溶体化温度の下に加熱及び高密度化することによって該構造欠陥を実質的に除去するに充分な時間該時効硬化性合金をHIP処理法に付し、該部品を大気圧以上の均等圧力下に保ちながら該合金の時効硬化温度範囲以下迄毎分20℃以上の速度で冷却することによってその場で該合金部品を熱処理し、次に該HIP処理法を完結させて該合金を時効硬化するこ

(5)

て該合金部品を急速に冷却し且つ従来のHIP処理法によってそれを時効硬化させる熱処理を施された同じ部品と比較して該部品の機械的性質が改良されることを特徴とする合金部品の機械的性質の改良法。

(8) 熱時均等温度が絶対融点の約60～95%の範囲内にあり且つ熱時均等加圧が約350～3500 Kg/cm<sup>2</sup>の範囲内にある特許請求の範囲第7項に記載の方法。

(9) 合金部品が超耐熱合金部品である特許請求の範囲第8項に記載の方法。

(10) 超耐熱合金部品がニッケル基合金であり且つ熱時均等温度が絶対融点の約70～95%の範囲内である特許請求の範囲第9項に記載の方法。

(11) 高温度を使用する間に生じた構造欠陥例えば鑄造微小空洞及び(又は)結晶粒界間隙又は微小なきずの存在が顕著であり少くとも約1000℃の融点を有する時効硬化性超耐熱合金の機械的性質を改良するための方法において、約30重量%迄のクロム、約20%迄のモリブデン及びタン

(4)

とからなり、それによって該オートクレープ外で該合金部品を急速に冷却し且つ従来のHIP処理法によってそれを時効硬化させることによって熱処理された同じ部品と比較して該部品の機械的性質が改良されることを特徴とする合金部品の機械的性質の改良法。

(12) 熱時均等加圧が約350～3500 Kg/cm<sup>2</sup>の範囲内にあり且つ熱時均等加圧の温度が合金の絶対融点の約70～95%の範囲内にある特許請求の範囲第11項に記載の方法。

(13) オートクレープ中の急速冷却が少くとも毎分約25℃である特許請求の範囲第12項に記載の方法。

(14) 合金がニッケル基合金であり且つ熱均等温度が合金の絶対融点の約80～95%の範囲内にある特許請求の範囲第13項に記載の方法。

### 3. 発明の詳細な説明

本発明は1000℃以上の融点を有する時効硬化性合金の機械的性質を向上させるための方法及び詳細には鑄造合金部品例えば使用又は未使用状

(6)

鋳物のジェットエンジン構成部品例えば鉄基、ニッケル基、コバルト基及びまたチタン基合金から作られた合金部品の機械的性質を向上させるためにHIP処理法を使用する方法に関する。本発明は特に製造時効硬化性超耐熱合金の処理に適用され得る。

#### 発明の背景技術

微小空洞及び（又は）其他の構造欠陥の存在が顕著である合金例えば鋳造合金の機械的性質を向上させるために熱時均等加圧処理技術（HIP）を使用することは知られている。米国特許第3758347号明細書によればニッケル、コバルト、鉄及びチタンからなる群から選ばれた元素を基金属とし且つ内部の不連続性例えば空洞、微小割目、きず及びその類似欠陥を有する合金の金属鋳造物は合金の機械的性質の実質的な劣化を招く温度より低い高温において空洞を閉じ且つ空洞、割目等の壁の拡散結合を起させるに充分な時間鋳造物に均等加圧を適用することによって改良され得る。超耐熱合金には詳細には例えば商品名レーネ（Rene）

(7)

で4時間時効硬化したのちに炉を649℃に冷却し室温迄空冷する前に1時間その温度に保った。最後に両方の型の試料を843℃に16時間アルゴン中で加熱してから室温迄冷却した。

これらの合金試料を次に871℃で3150  $\text{Kg/cm}^2$  の応力下に応力破壊試験に付した。その結果として未処理の試料（2試験）は約41.5時間の平均寿命及び約2.5%の平均伸長率を示した。

HIPによって処理された試料（6試験）は141時間の平均応力破壊値及び約11.5%の平均伸長率を示した。

これによって明らかなように上記のニッケル基合金に適用されたHIP処理は応力破壊性を顕著に改良した。

HIPを使用する鋳造物の欠陥の除去についてはワシーレウスキー（G.E.Wasielewsky）及びリンドラッド（N.R.Lindblad）によるHIPを使用する鋳造物の欠陥の除去〔超耐熱合金に関する第2回国際会議公報 - 処理法；セブンスプリングス（Seven Springs），ペンシルバニア（Pa.），9月，1972

(9)

80，レーネ100等と呼ばれる時効硬化性のニッケル基超耐熱合金があげられる。レーネ80は0.17% C，14% Cr，5% Ti，0.015% B，3% Al，4% W，4% Mo，9.5% Co，0.03% Zr及び残部のニッケルを含有するがレーネ100は0.17% C，9.5% Cr，4.2% Ti，0.015% B，5.5% Al，3% Mo，15% Co，0.06% Zr，1% V及び残部のニッケルを含有する。

前記特許によれば1218℃~~（2225°F）~~に加熱されたオートクレーブ中で750  $\text{Kg/cm}^2$  の圧力下にレーネ80鋳造物を処理する際には合金の試料は約8時間保持されてから冷却後に取出された。HIP処理をされた試料とHIP処理及びそれにつづく熱処理を与えられていない試料とを比較した。HIP加工処理を受けた試料及び未処理の試料を両者共に1218℃~~（2225°F）~~で真空中2時間の溶体化処理に付し次に室温まで不活性ガスで冷却してからつづいて1093℃に4時間真空中で加熱し且つ室温迄不活性ガスで冷却した。後者の冷却につづいてこれらの合金試料を1052

(8)

年〕と題した論文に開示されている。

上記の論文によればニッケル基の超耐熱合金例えばIN-738，レーネ77，IN-792等の名称で呼ばれる合金の応力破壊性及び室温延性は約1093～1204℃の範囲内の温度で1～10時間約350～2100  $\text{Kg/cm}^2$  の圧力の下にHIP処理技術を行なうことによって改良され得るが合金部品の100%高密度化を得るためには1177～1204℃の温度が特に好適である。

類似の改良はティ・エッチ・スミス（T.H. Smith）及びエル・ダーディ（L.Dardi）による“ハウメットのHIP法によって改良された構成部品”〔ハウメットタービンコンポーネンツコーポレーション（Howmet Turbine Components Corporation）によってキャスティングアウト（Casting About）上に1974年春（4月）に発表された〕と題する論文の中にHIP処理法を用いて示されている。

1978年11月14日に公告された米国特許第4125417号明細書には上記と同じ目的のために同じ態様で使用されるHIP法が開示されて

(10)

いるが、異なる点はこれが鋳造物の欠陥例えば微小空洞に加えて使用中の高温クリープによって誘起された結晶粒界間隙又は転位(dislocation)のような欠陥を含有する使用された合金部品の有用な性質を回復及び再生させるために適用されることである。HIP処理につづいて合金部品を熱処理(溶体化処理及び時効化)に付して機械的性質をそれらの元の値まで再生する。

マグネシウム及びアルミニウムダイカストの機械的性質を向上させるためにHIP処理法を使用する概念は米国特許第3732128号明細書に開示され、それによればダイカストは容器中で300～600℃において7～700 kg/cm<sup>2</sup>の圧力の下に1～72時間熱及び圧力に付してから更に適用圧力を保持しながら急速に冷却する。処理された鋳造物を次に100～250℃で1～72時間大気圧下に時効化して合金の機械的強度を改良する。

このように焼流し精密鋳造(investment cast)超耐熱合金に対する熱及び高圧の同時適用を含むHIP処理法の使用が高温における機械的性質を

(11)

合金の応力破壊性を著しく改良するためのHIP法及び熱処理の組合せを提供することである。

これら及び其他の目的は本開示及び次の添付図面と共に更に明確に示される筈である。

#### 本発明の説明

一般的に述べれば、本発明は高温での使用中に生じた構造欠陥例えば鋳造微小空洞及び(又は)結晶粒界間隙又は微小なきずの存在が顕著な時効硬化性合金部品の機械的性質を改良する方法を目的とする。この時効硬化性合金は1000℃以上の融点を有するものであり、本方法はオートクレープ中で大気圧以上の圧力及び該合金の絶対融点の50%以上における時効硬化性合金の高溶体化温度の下に少なくとも加熱及び高密度化することによって該構造欠陥を実質的に除去するに充分な時間該時効硬化性合金を熱時均等加圧(HIP)処理法に付し、次に該合金部品を大気圧以上の均等圧力下に保ちながら該合金の時効硬化温度範囲の下まで毎分20℃以上好適には少なくとも毎分約25℃例えば毎分少なくとも約30℃又はそれ以上の速度

(13)

顕著に改良することは知られており、このことはガスタービン設計者に工業用ガスタービンの臨界的な適用に対して特に高品質の鋳造物を明記することを可能にした。焼流し精密鋳造を使用することへの動機はガスタービンの効率及び価格効果を実質的に改良するための工業一般の努力にもとづいている。近年においてこの努力は世界的なインフレーション及び増大する化石燃料の供給不足によって更に強調されている。

時効硬化性合金例えば鋳造超耐熱合金の能力を更に一層改良することはジェットエンジン構成部品例えばエンジンの熱端末中に使用されるタービン羽根に対して特許とされる高温の要求が増加してやまないことから望ましい筈である。

#### 本発明の目的

本発明の目的は1000℃以上の融点を有する時効硬化性合金の機械的性質を更に改良するための改良HIP処理技術を提供することである。

その他の目的は超耐熱合金例えば時効硬化性の鉄基、ニッケル基及びコバルト基並びにチタン基

(12)

で急速に冷却することによって該合金部品をその場で熱処理することからなり、そのようにして該部品の機械的性質は同じ部品を従来のようにHIP処理の後に該オートクレープの外で急速に冷却することによって熱処理した場合と比較して改良されている。

“構造欠陥”という術語には米国で使用の航空機部品(例えば鋳造物形のタービン羽根であって或種の焼流し精密鋳造に固有の微小空洞を有する)の欠陥又は高温で鍛造又は鋳造の部品を使用することから生ずる使用によって誘起された欠陥(例えば結晶粒界間隙又は微小なきずであって使用中に大きさの変化が生じていても小さいか又は生じていない欠陥を含む)のいずれかが含まれ、又構造欠陥は鋳造微小空洞として最初から存在する欠陥と共に使用中クリープのために発生した欠陥の両者からなり得るし、又構造欠陥は使用中の高温の周期的負荷から生じた欠陥例えば疲労による微小なきずからなり得る。

例えば本発明は微小空洞を含有する未使用の鋳

(14)

造部品の処理に適用され得るものであり、この場合には微小空洞はHIP法を用いて実質的に除去され且つ金相学特性はHIP処理をされた部品をオートクレーブから取出す前に大気圧以上の圧力の下にその場で急速に冷却することによる熱処理の観点から最適化される。実質的な大きさの変化が起る前にクリープ又は疲労のために欠陥が生じている使用後の同じ部品も又本発明によって処理されて劣化した性質を更に回復させ得る。このように本発明は使用前の部品上並びに使用後の同じ部品上に使用され得る。

多くの場合に微小空洞を有する鋳造部品は例えばタービン羽根としての使用に対して部品に定められた規格の要求に尚合致し得るし従って使用され得る。このように持続的な使用の間に部品を取出しHIP処理法によって再処理し且つ機械的性質を実質的に元の値迄回復させる場合には該部品は元来の欠陥及び高温使用によって生じた追加の欠陥の両者を有する。この場合には起源の如何を問わず実質的にすべての欠陥はHIP処理によって

(15)

除去され且つ部品は次にその場で急速に冷却されてオートクレーブ外で更に熱処理を受けるための部品を作り得る。

前記の本発明の方法は広範囲の鍛造及び鋳造の時効硬化性合金すなわち時効硬化性鉄基合金、ニッケル基合金、コバルト基合金及びチタン基合金に適用され得る。

1000℃以上の融点を有する各種の合金を示すものとして次の例があげられる：

以下余白

(16)

表(1) 鉄基合金

%重量組成

合金の名称	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	Ti	Al	B
アロイ(Alloy)901	.05	.10	.10	12.5	42.5	5.7	28	0.2	0.05
A-286	.05	1.35	.50	15.0	26.0	1.3	2.0	0.2	.015
ジスカロイ(Discalloy)	.04	.90	.80	13.5	26.0	2.7	1.7	0.1	.005

残部は鉄

以下余白

(17)

表(Ⅱ) ニッケル基合金

合金の名称	重量%組成								Fe	Ti	Al	B	Zr
	C	Mn	Si	Cr	Co	Mo	W	Nb					
アロイ(Alloy)713C	0.12	-	-	12.5	-	42	-	2.0	-	0.8	6.1	0.012	0.10
B-1900*	0.10	-	-	8.0	10.0	6.0	-	-	-	1.0	6.0	0.015	0.10
D-979	0.05	0.25	0.20	15.0	-	4.0	4.0	-	27.0	3.0	1.0	0.010	-
IN-738*	0.15	-	-	16.0	8.5	1.7	2.6	0.9	-	3.4	3.4	0.01	0.1
IN-792Hf*	0.12	-	-	12.4	9.0	1.9	3.8	-	-	4.5	3.1	0.01	0.1
INCO718	0.04	0.20	0.30	18.6	-	3.1	-	5.0	18.5	0.9	0.4	-	-
IN-100*	0.18	-	-	10.0	15.0	3.0	-	-	-	4.7	5.5	0.014	0.06
MAR M200	0.15	-	-	9.0	10.0	-	12.5	1.0	-	2.0	5.0	0.015	0.05
MAR M246*	0.15	-	-	19.0	10.0	2.5	10.0	-	-	1.5	5.5	0.015	0.05
WASPALLOY	0.07	0.5max	0.5max	19.5	13.5	4.3	-	-	2.0max	3.0	1.4	0.006	0.09
(Rene)41	0.09	-	-	19.0	11.0	10.0	-	-	-	3.1	1.5	0.005	-
UDIMET 500	0.07	-	-	19.0	12.0	6.0	1.0	-	-	3.0	3.0	0.007	0.05

ニッケルは残部

- \* B-1900は4.0% Taも含有する。
- \* IN-738は1.7% Taも含有する。
- \* IN-792Hfは3.9% Taも含有する。
- \* IN-100は1.0% Vも含有する。
- \* MAR M246は1.5% Taも含有する。

(18)

上記のものの内に含まれるのは析出硬化性ステンレス鋼品質であって円板及び他のタービン部品を含むタービンエンジン中のコンプレッサー羽根として特殊な用途を有する。

表(Ⅲ) (英文テキスト0頁)

表(Ⅲ) コバルト基合金

合金の名称	重量%組成									
	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	W	Nb	Fe	
S-816	.38	1.20	.40	2.0	2.0	4.0	4.0	4.0	4.0	
WI-52	.45	.25	.25	2.10	-	-	11.0	2.0	2.0	

残部はコバルト

上記のニッケル基及びコバルト基の合金はタービン羽根、タービン翼、タービン円板及び他のタービン部品に使用され得る。

以下余白

(19)

表(N) タタン基合金

合金の名称	重量%組成					
	Al	Mo	V	Sn	Zr	Ti
Ti-6-4	6	-	4	-	-	bal.
Ti-6-2-4-2	6	2	-	2	4	bal.
Ti-6-2-4-6	6	6	4.0	2	-	bal.
ベータ(BETA) III	-	11.5	-	4.5	-	bal.
Ti-8-1-1	8	1.0	1.0	-	-	bal.

上記の合金はコンプレッサー羽根、円板及び他の航空機の部品に使用され得る。

本発明を実施に移すためには、各種の合金に対してオートクレーブ中で使用されるHIPの温度(相応温度)は合金の絶対融点の50%以上から絶対融点の約95%例えば絶対融点の60~95%好適には絶対融点の約70~95%又は80~95%の範囲内にあるが、この温度は合金の溶体化温度範囲に入るべきであって好適には初期の融解が始まる温度を超えてはならない。本発明の目的に対しては合金の絶対融点の50%以上であると上述された相応温度は一つの金属の機械的強度

(20)

が時に降伏強さによって限定されるよりむしろクリープによって限定され始める温度である。

このように鉄基、ニッケル基及びコバルト基の超耐熱合金の場合にはHIP温度は約980～約1290℃~~約1800℃~~~~約2350°F~~の範囲内にあり圧力は350～3500 Kg/cm<sup>2</sup>~~5000 psi~~の範囲内にあり、選ばれた温度及び大気圧以上の圧力は処理される合金及び除去されるべき欠陥の型によって定まる。HIP処理の時間は約0.5～1.6時間の範囲内にあり使用される時間は個々の合金に対して選ばれた温度及び圧力に実質的に反比例する。温度は欠陥例えば微小空洞の実質的に完全な除去を保証する上に特に重要である。

HIPの完結につづいて部品はその場で毎分20℃以上好速には毎分少くとも約30℃例えば毎分約30～50又は60℃又はそれ以上の冷却速度で急速に冷却される。

第1図は処理されるべき合金構成部品をHIP処理に付するため使用され得る装置の一つの形体  
(21)

定熱電対29を曲げられる熱電対29A、29B、29Cと共に用いて棚の近く及び加工品そのものの温度を連続的に測定し熱電対の導線は数字30で示されている。

加熱素子に対する電源は数字27Aで示され、不活性ガス圧力の源はオートクレープに圧力をかける前に望ましくない室の空気を除去するための真空連結32と共に数字31で示される。

ニッケル基超耐熱合金構成部品の処理における一つの特殊な作業過程においては室に不活性ガス例えばアルゴン又はヘリウムを通じたのちに炉を約1315℃~~約2400°F~~まで加熱する。圧縮ポンプ及び熱膨張の合併効果から圧力は2100 Kg/cm<sup>2</sup>又はそれ以上の高さに迄到達し得る。ガスの圧力は均等であるので内部の構造欠陥が横断領域の有意な部分を超える大きさでないならば得られた製品は測定され得る歪みを実質的に含まない

以下本発明の好適な態様について説明する。

#### 例 1

本実施例は合金に対する時効硬化温度の下まで  
(23)

を図示する。すなわち第1図を説明すれば、オートクレープ10は底11及び蓋板12、13を有し、オートクレープはその中に圧力容器14を内蔵しておりこれは耐圧上蓋15及びびったり合う底蓋16を有する。

この容器には炉絶縁マントル17、取外され得る絶縁炉上端18及び絶縁炉釜底19が装着されている。容器は冷却水入口21及び冷却水出口22を有する冷却ジャケット20にかこまれている。

この容器の内部には貫通された耐熱台座23が支持されこれは処理されるべき部品又は加工品25を入れる加工品積載棚24のための基台として役立ち、開放棚の配置は高温、高压処理及び急速冷却の間に図のような制御された対流形式26が得られるようになっている。

熱源は加熱素子27例えばグラファイトからなり図のように台座の下に配置され、強制対流送風機28は炉及び棚の全体に熱不活性ガスを入工的な循環流を確実にするために装置されている。図  
(22)

急速に冷却する期間部品上に均等な圧力を連続的に保持しながらオートクレープ内の合金部品を急速に冷却することの重要性を示す。本例における合金はレーネ100(0.18% C, 10.0% Cr, 15.0% Co, 3.0% Mo, 4.7% Ti, 5.5% Al, 0.014% B, 0.06% Zr, 1% V及び残部のニッケル)であった。

この場合エンジンの高温端末に対する超耐熱合金タービン羽根は一般的にパック滲透法によって金属の保護層で被覆されていることを注意すべきであり、この被覆金属はクロム及び(又は)アルミニウムである。羽根は一般に約705～約1150℃の範囲内の高温度で約1～40時間例えば1050℃で約4時間を要して被覆され且つ除々に冷却される。このような被覆法は米国特許第3257230号、同第3716358号及び同第3999956号の各明細書に開示されている。

本発明の方法による場合とよらない場合との比較試験を実施するには、同じタービン羽根構成部  
(24)

品の試料に温度及び圧力に関しては実質的に同じ値を用いて熱時均等加圧を加えたが、1例においては部品をオートクレーブ中で熱時均等加圧温度から時効硬化温度の下まで急速に冷却し、他の例においては従来行なわれていたように部品をオートクレーブ中で時効硬化温度の下まで徐々に冷却した点が異なっており以下にそれを示す。

(1) 本発明の方法による例

レーネ100合金の羽根をオートクレーブ中で1190℃の温度で2時間約1960  $\text{Kg}/\text{cm}^2$ の圧力下に加熱することによってHIP処理法に付し、オートクレーブ中で実質的に合金の時効硬化温度の下迄毎分約30℃の速度で急速に冷却した。次にこの部品をオートクレーブから取出して前記の型のバック滲透法で通常使用されている温度、時間及び冷却速度に対応する熱処理に付したが、この疑似熱処理は1052℃の温度で4時間行なわれ次に炉を冷却した。使用されたHIP温度は合金の絶対融点の約93℃であった。上記の熱処理につづいて部品を843℃で4時間時効化してから

(25)

却し、次にこの部品を4時間843℃で時効化したのちに空冷した。

(B) HIP法を用いることなく部品を熱処理するには、先ず部品をバック滲透法に使用される熱処理に似た熱処理作業過程に付した。すなわち4時間1052℃に加熱してから炉を空冷し、つづいて843℃で4時間時効化し次に空冷した。

これらの処理をした後にHIP法を行なわなかった試料及び従来のHIP法で処理された試料及び本発明のHIP法で処理された試料から試験標本を作り、これらを13175  $\text{Kg}/\text{cm}^2$ に対応する適用負荷の下で760℃及び4495  $\text{Kg}/\text{cm}^2$ に対応する負荷の下で982℃において応力破壊試験に付した。

得られた結果を以下の表に示す。

~~第1表(英文テキスト16頁)~~

~~第2表(英文テキスト17頁)~~

以下余白

(27)

空冷した。

明らかに、羽根上に使用されたHIP処理後の特殊な熱処理には本例においてはバック滲透法に固有な熱的熱処理作業過程が含まれる。しかし本発明はそれに限定されるべきでない。すなわちHIP処理後の熱処理は単にオートクレーブ外の直接時効化熱処理又は任意の他の望ましい熱処理からなり得る。

(2) 本発明の方法によらない例

二つの別な処理を行なった。(A)従来のHIP法及び(B)HIP法でない部品の熱処理であった。

(A) 従来のHIP法において、部品を約1925  $\text{Kg}/\text{cm}^2$ の下に2時間1190℃の温度に加熱してから毎分15℃以下の速度で徐冷した。その後部品を2時間真空中で1190℃に加熱し、次に6～10分以内に1093℃迄真空で冷却し、更に4時間1093℃に真空下に保ち、次にガスファンを停止させた。その後部品を上記の羽根の被覆に通常使用される熱作業過程に付した、すなわち部品を4時間1052℃に加熱してから炉を冷

(26)



第 2 表

## 応力破壊試験

番号	HIP	直径 (cm)	直径 (インチ)	寿命 (時間)	伸長度 (%)	RA (%)
1B	HIPなし	0.226(.089)		228	111	129
2B	"	0.226(.089)		278	83	126
3B	"	0.226(.089)		290	55	64
対数平均				265	79	106
4B	従来のHIP	0.224(.088)		219	45	131
5B	"	0.226(.089)		244	180	241
6B	"	0.228(.090)		268	69	79
7B	"	0.228(.090)		271	138	140
8B	"	0.218(.086)		332	117	183
9B	"	0.226(.089)		334	69	145
10B	"	0.226(.089)		344	55	107
11B	"	0.228(.090)		375	138	190
対数平均				298	91	152
1	本発明のHIP法	0.256(.101)		228	125	137
2	"	0.254(.100)		247	125	202
3	"	0.254(.100)		318	150	202
4	"	0.254(.100)		369	150	215
5	"	0.254(.100)		370	150	202
対数平均				306	140	192

(29)

第 1 表

## 応力破壊試験

番号	HIP	直径 (cm)	直径 (インチ)	寿命 (時間)	伸長度 (%)	RA (%)
1A	HIPなし	0.203(.081)		431	31	78
2A	"	0.220(.087)		695	57	50
3A	"	0.203(.080)		1633	31	60
4A	"	0.205(.081)		2024	62	100
5A	"	0.259(.102)		3494	145	148
対数平均				1281	55	77
6A	従来のHIP	0.226(.089)		634	55	89
7A	"	0.213(.084)		751	60	72
8A	"	0.226(.089)		1118	28	48
9A	"	0.216(.085)		1323	53	89
10A	"	0.297(.117)		2214	85	120
11A	"	0.279(.110)		2249	71	189
12A	"	0.238(.094)		2302	86	217
13A	"	0.220(.087)		3118	58	67
14A	"	0.226(.089)		3808	57	134
15A	"	0.312(.123)		4416	81	109
対数平均				1828	61	103
1	本発明のHIP法	0.251(.099)		1661	50	91
2	"	0.254(.100)		3104	50	89
3	"	0.254(.100)		3742	75	88
4	"	0.256(.101)		4042	50	100
5	"	0.254(.100)		4469	75	126
対数平均				3221	60	99

(28)

第1表から認められるように、本発明のHIP法は260℃及び13.175 Kg/cm<sup>2</sup>の下での応力破壊寿命においてHIP法を用いなかった場合の128.1時間及び従来のHIP法を用いた場合の182.8時間に比較して322.1の驚くべき対数平均の寿命を示した。第2図参照。

本発明は982℃の応力破壊性に著しい効果を示さなかったが(第2表参照)、試料に悪影響はなく第3図を参照すれば明かなようにどちらかといえは多少の改良を示している。

## 例 2

SEL-15と呼ばれる時効硬化性ニッケル基合金(重量により0.08% C, 0.3%最大 Mn, 0.5%最大 Si, 10.5% Cr, 13.5% Co, 6.3% Mo, 1.5% W, 0.5% Nb, 2.5% Ti, 5.5% Al, 0.05% B及び残部は本質的にニッケル)について同様のHIP試験を行なった。

### (1) 本発明の方法による例

合金の部品を1190℃(合金の絶対融点の約90%)で2時間約2030 Kg/cm<sup>2</sup>の下にHIP処

(30)

(B) HIP法を使用しない部品の熱処理においては、部品を1052℃の温度で4時間バック滲透法に似た熱処理に付してから炉を冷却し、つづいて780℃で4時間時効化してから空冷した。

上記のように処理された部品をクリープ試験[0.254 cm(0.1インチ)の直径]の検体にし760℃~~(1400°F)~~で13.175 Kg/cm<sup>2</sup>~~(85 Ksi)~~の適用負荷の下に試験した。

得られた結果を第3表及び第4図中に示す。

~~第3表(英文テキスト120頁)~~

以下余白

理に付し、オートクレーブ中で実質的に時効硬化温度範囲の下迄毎分約30℃の速度で急速に冷却し、次にオートクレーブから部品を取出しバック滲透法中に用いられる処理に似た熱的熱処理に付した、すなわち1052℃の温度に4時間加熱してから炉を冷却した。この最後の処理につづいて部品を780℃で4時間時効化し空気中で冷却した。

### (2) 本発明によらない例

二つの別の処理:(A)従来のHIP法及び(B)HIP法を使用しない部品の熱処理を行なった。

(A) 従来のHIP法においては、部品を15℃以下の速度で約1960 Kg/cm<sup>2</sup>の圧力下に2時間1190℃の温度に上げ、そののちに部品を1190℃で4時間再び溶体化し次に真空中で冷却した。そののちに部品をバック滲透法中に使用される熱作業過程に対応する疑似熱処理に付した、すなわち1052℃で4時間加熱してから炉を冷却したのちに部品を780℃で4時間時効化し次に空気中で冷却した。

(31)

第 3 表

試験番号	応力破壊試験	
	寿命 (時間)	伸長率 (%)
<u>HIPなし</u>		
1C	918	3.7
2C	1706	3.7
3C	1326	3.7
4C	1048	5.0
5C	645	3.7
対数平均	1071	3.9
98%限度	50.1	3.0
<u>従来のHIP</u>		
6C	643	2.6
7C	88	5.5
8C	45	10.8
9C	170	3.3
10C	526	3.4
11C	103	8.3
12C	199	6.6
13C	888	6.2
14C	512	7.5
対数平均	234	5.5
98%限度	3.1	2.6
<u>本発明のHIP法</u>		
6	2009	10.0
7	1411	6.2
8	893	7.5
9	1584	8.7
10	2371	18.0
対数平均	1569	9.4
98%限度	741	4.2

(33)

認められるように、本発明のHIP法は応力破壊寿命の対数平均の平均において従来のHIP法の場合の23.4時間及びHIP法を使用しない場合の107時間に比較して156.9時間という驚くべき高い値を示し、本発明の方法は従来のHIP法の場合の3.1時間及びHIP法を使用しない場合の50.1時間に比較して74.1時間の98%という信頼限界又は信頼定格を示した。本例においては、SEL-15の羽根の高温特性はパック溶透法で通常使用される熱処理過程を与えられ次に時効化熱処理を受けたSEL-15の羽根に比較した場合に従来のHIP処理及びHIP後の熱処理過程によって改良されることはなかった。しかしこれは例1にはなかったことである。

このように本発明の主要な利点は、本発明が広範囲にわたる超耐熱合金組成の高温機械的性質を顕著に改良するか又は十分に回復させることを常に可能にする点であるが、このことは一般に従来のHIP法によってはなされなかった。この差違は例2(第4図参照)を参照することによって明

(34)

らかである。例2は合金SEL-15に関して、HIP法を使用しない条件の方が従来のHIP法及び熱処理を使用する条件よりすぐれていたことを示すが、例1(第2図参照)においては、従来のHIP法はHIP法が使用されない方法よりすぐれていた。ともかく両例において、本発明のHIP法は従来のHIP法より著しく高い機械的性質の実現を達成した。

本発明の提供する其他の利点は本発明の方法が更に簡単化されたHIP後の熱処理の使用を可能にすることであって、これは一般に従来のHIP処理技術を使用する場合にはなかったことである。

## 例 3

本明細書に説明するように、本発明は鉄基合金部品例えばA-286の名称で知られる合金(0.05% C, 1.35% Mn, 0.50% Si, 15.0% Cr, 26.0% Ni, 1.3% Mo, 2% Ti, 0.2% Al, 0.015% B及び残部の鉄の名目組成を有する)に適用され得る。この合金は約1371~1399℃の融点範囲又は約1385℃の平均融

(35)

点を有する。選ばれたHIP法の温度は合金の絶対融点〔1385℃〕の約75%であった。計算されたHIP法の温度は約970℃であり、これは合金の大体の溶体化温度であった。

この鉄基合金部品を約970℃で4時間約1750 Kg/cm<sup>2</sup>の圧力下に熱加圧操作に付し、次に該合金の時効化温度の下まで毎分30℃以上の速度で急速に冷却した。HIP処理につづいて合金を約720℃で16時間時効化してから空冷した。

他の時効硬化性合金例えばチタン基合金（名称はTi-6-2-4-6）によって同様な結果が得られ得る。この合金を処理した例を次に示す。

#### 例 4

上記の組成のチタン鑄造物は収縮巣すなわち微小空洞を示しやすいが、多くの低応力構造の部品に許容されるラジオグラフ上の品質水準を示し得る。チタン基合金（6% Al, 2% Sn, 4% Zr, 6% Mo及び残部として本質的にチタンを含む）は1649℃~~（約1600℃）~~の液化温度を有する。この融点は約1922°Kの絶対融点に対応する。

(36)

ってTi及びAlの総量は約12%を超えない、約20%までのFe, 約2%までのMn, 約2%までのSi, 約0.2%までのB, 約1%までのZn, 約2%までのHf及び残部として少なくとも45重量%のニッケル及びコバルトからなる群から選ばれた少なくとも一つの金属を含有するものである。

“残部として少なくとも45重量%の金属ニッケル及びコバルトの少なくとも一つ”という表現は、二つの金属が存在する場合にはその合計が総組成の少なくとも約45%であることを意味する。すなわちニッケルもコバルトもおのおの少なくとも約45%の量において単独で存在し得る。両者が存在する場合にはどちらも二つの合計が少なくとも約45重量%である限り残部となる範囲にわたって存在し得る。

前記の型の合金は一般にこれらを約1080～1125℃の溶体化温度に約0.5～16時間付すことによって熱処理してから炉又は空気中で冷却した。溶体化処理の次に合金を例えば約730～870℃の範囲内の温度で24時間以上例えば4

(38)

HIP法の温度は合金の絶対融点の約62%に対応して選ばれ、それは約920℃~~（約1600℃）~~と計算された。このように、チタン基合金部品を約920℃~~（約1600℃）~~及び約1960 Kg/cm<sup>2</sup>~~（約2600 Kg/cm<sup>2</sup>）~~の下に約4時間熱時に均等加圧し次に其の場で大気圧以上の圧力下に時効硬化温度範囲の下まで毎分約30～40℃の冷却速度で急速に冷却した。

上記の処理につづいて、合金を593℃~~（約1100℃）~~で約8時間時効化し空冷して所望の機械的性質を達成した。

本明細書に説明するように、本発明は特に時効硬化性のニッケル基及びコバルト基各種の超耐熱合金の処理に適用され得る。一つの典型的な合金の組成範囲は重量%により約30%までのCr例えば約5～30%のCr, 約20%までのMo及びWからなる群からの金属, 約10%までのCb及びTaからなる群からの金属, 約1%までのC（好適には約0.5%まで）, 約10%までのTi及びAlからなる群からの金属例えば0.2～10%であ

(37)

～10時間時効化することによって析出硬化（時効硬化）し得る。

本発明は好適な態様によって説明されているが、当業熟練技術者には容易に理解されるように、それらに対する変更及び変化は本発明の精神及び範囲から逸脱することなくなされ得るものと理解されるべきである。そのような変更及び変化は本発明及びその特許請求の範囲の限界及び範囲内にあるものと考えられる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施に使用され得るHIP装置を図示する。

第2図は本発明によって処理されたニッケル基超耐熱合金（レーネ100）の13,175 Kg/cm<sup>2</sup>に対応する負荷の下で760℃の試験温度において測定された破壊寿命時間と本発明によらないHIP法を使用して処理された同じ合金の破壊寿命とを比較するグラフである。

第3図は4,495 Kg/cm<sup>2</sup>に対応する負荷の下に982℃で比較された破壊寿命である以外は第2

(39)

図に類似のグラフである。

第4図は、

材料がSEL-15と呼ばれるニッケル基合金で

ある以外は第2図に類似のグラフである。

図において

10:オートクレーブ, 11:底, 12, 13:  
:蓋板, 14:圧力容器, 15:耐圧上蓋, 16:  
:底蓋, 17:マントル, 18:絶縁炉上端,  
19:絶縁炉基底, 21:冷却水入口, 22:冷  
却水出口, 23:耐熱台座, 27:加熱素子,  
28:強制対流送風機, 29:炉, 29:  
固定熱電対。

代理人(7127)弁理士 後藤洋介

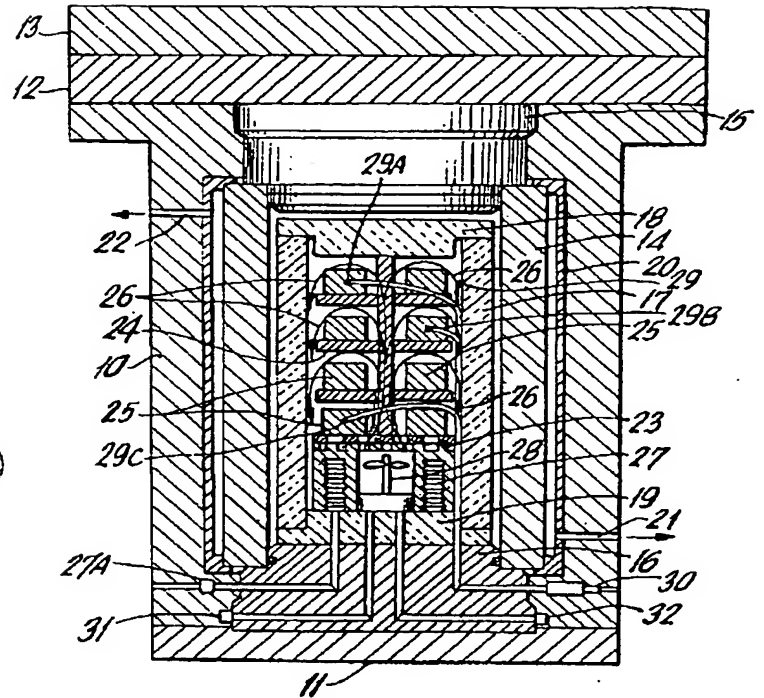


FIG. 1

(40)

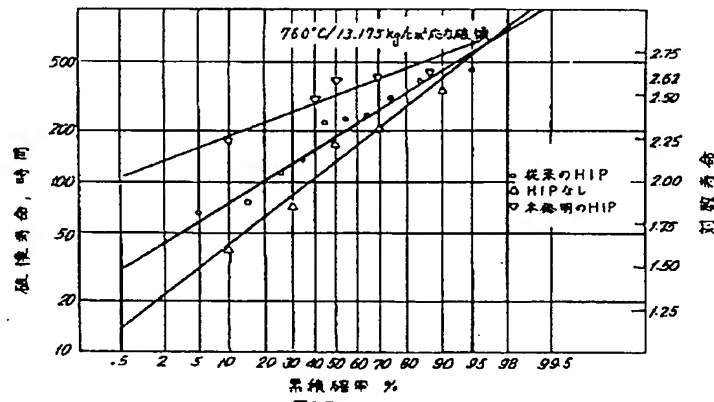


FIG. 2

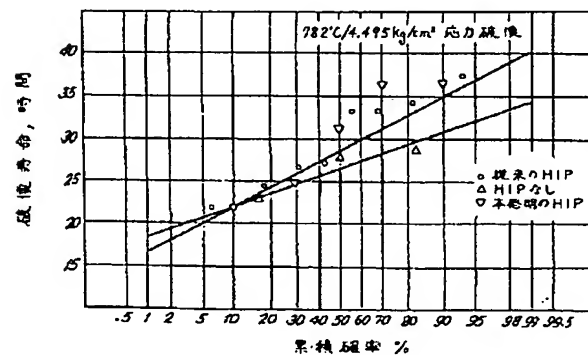


FIG. 3

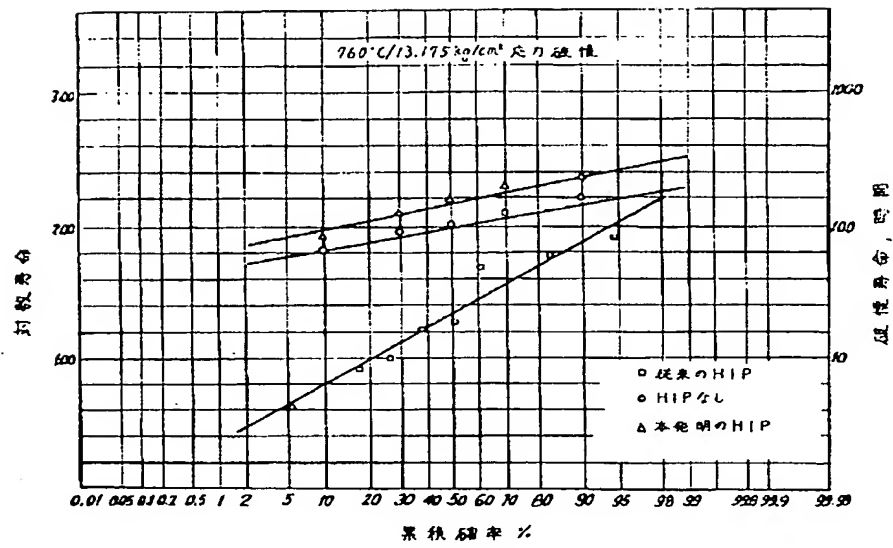


FIG. 4

BEST AVAILABLE COPY